



⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 40 32 619 A 1

⑤ Int. Cl.⁵:
C 09 C 1/30
C 09 D 5/28
C 09 D 7/02
// (C09D 167/08,
177:00) (C08K 3/36,
9:04)

⑳ Aktenzeichen: P 40 32 619.5
㉑ Anmeldetag: 15. 10. 90
㉒ Offenlegungstag: 16. 4. 92

DE 40 32 619 A 1

㉑ Anmelder:
Grace GmbH, 2000 Norderstedt, DE

㉒ Vertreter:
Uexküll, Frhr. von, J., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Stolberg-Wernigerode, Graf zu, U., Dipl.-Chem.
Dr.rer.nat.; Suchantke, J., Dipl.-Ing.; Huber, A.,
Dipl.-Ing.; Kameke, von, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Voelker, I., Dipl.-Biol.; Franck, P., Dipl.-Chem.ETH
Dr.sc.techn., Pat.-Anwälte, 2000 Hamburg

㉓ Erfinder:
Luers, Georg, 6525 Westhofen, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉔ SiO₂-Mattierungsmittel, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung

㉕ Es wird ein universell einsetzbares SiO₂-Mattierungsmittel beschrieben, das aus SiO₂, 1 bis 25 Gew.-% Polyol und 1 bis 25 Gew.-% Wachs besteht. Das neuartige Mattierungsmittel ist auch nach längerer Lagerung, insbesondere unter Druck, noch gut dispergierbar, führt bei nicht-thixotropen Lacken und Farben nicht zur Bildung von hartem Bodensatz und hat praktisch keinen negativen Einfluß auf das Thixotropieverhalten von auf thixotropen polyamid-modifizierten Alkydharzen basierenden Farben und Lacken.

DE 40 32 619 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein universell verwendbares SiO₂-Mattierungsmittel, ein Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung in thixotropen und nicht-thixotropen Farben und Lacken.

Bei thixotropen, auf polyamid-modifizierten Alkydharzen basierenden Farben und Lacken besteht das Problem, daß die Thixotropie durch zusätzlich in dem Lack vorhandene Komponenten, insbesondere Hydroxylgruppen haltige Lösungsmittel wie z. B. Alkohole, Glykole und einige organische Farbpigmente negativ beeinflußt wird. Einen ähnlichen Einfluß haben aber auch SiO₂-Mattierungsmittel.

Feinteilige SiO₂-Mattierungsmittel lassen sich unmittelbar nach der Herstellung unter Anwendung von geringen Scherkräften bei der Einarbeitung in Lack leicht in Einzelpartikel deagglomerieren. Dieses Verhalten ist erwünscht, weil verbleibende Agglomerate zu deutlich sichtbaren Stippen im aufgezogenen Lackfilm führen. Wenn feinteilige SiO₂-Mattierungsmittel jedoch einem Druck ausgesetzt werden, kann dies zur festeren Agglomeratbildung führen. Dieser Effekt verstärkt sich, wenn der Druck über eine längere Zeit wirksam ist. Dies kann dazu führen, daß sich bei dem zunächst hervorragend dispergierbaren Produkt im Laufe der Lagerung aufgrund einer Belastung wie sie bei Lagerung und Transport auftreten kann, die gute Dispergierbarkeit verschlechtert und vom Verwender als nicht akzeptabel beurteilt wird.

In thixotropen Farben und Lacken wird wegen der gelartigen Beschaffenheit keine Sedimentation von Mattierungsmitteln oder Pigmentteilchen beobachtet. Die Teilchen verbleiben in ihrer Position und können während der Lagerung keinen harten, nicht dispergierbaren Bodensatz bilden. Bei Einwirkung von Scherkräften erniedrigt sich die Viskosität des Systems erheblich und die Teilchen beginnen sich abzusetzen. Das besondere Merkmal einer thixotropen Farbe besteht darin, daß sich die Viskosität sehr schnell wieder aufbaut, sobald die mechanische Beanspruchung endet. Nach kurzer Zeit hat die Farbe dann wieder ihre ursprüngliche gelartige Konsistenz, die ein weiteres Absetzen der Teilchen verhindert.

Bei einer nicht-thixotropen Farbe ist die Situation jedoch eine ganz andere, da sich dort die SiO₂-Mattierungsmittelteilchen absetzen und einen harten Bodensatz bilden. Es ist sehr schwierig und in manchen Fällen unmöglich, diesen Bodensatz mit den in der Farben- und Lackindustrie üblichen Gerätschaften wieder zu den individuellen Teilchen zu redispergieren.

Die Bildung eines harten Bodensatzes kann dadurch verhindert werden, daß die Mattierungsmittelteilchen mit Wachs beschichtet werden. In der DE-PS 10 06 100 und der DE-AS 15 92 865 ist beschrieben, wie die SiO₂-Mattierungsmittelteilchen mit Wachs beschichtet und welche Wachse verwendet werden können.

Der Erfindung lag nun die Aufgabe zugrunde, ein SiO₂-Mattierungsmittel zu schaffen, das universell einsetzbar ist, d. h. auch nach längerer Lagerung, insbesondere unter Druck, noch gut dispergierbar ist, bei nicht-thixotropen Lacken und Farben nicht zur Bildung von hartem Bodensatz führt und einen möglichst geringen oder gar keinen negativen Einfluß auf das thixotrope Verhalten von unmattierten thixotropen, auf polyamid-modifizierten Alkydharzen basierenden Farben und Lacken hat.

Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein SiO₂-Mattierungsmittel vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist, daß es aus SiO₂, 1 bis 25 Gew.% Polyol und 1 bis 25 Gew.% Wachs besteht.

Gegenstand der Erfindung ist ferner ein Verfahren zur Herstellung eines SiO₂-Mattierungsmittels, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man SiO₂ mit einer solchen Menge Polyol und Wachs zusammenbringt, daß der Polyolgehalt des fertigen Mattierungsmittels 1 bis 25 Gew.% beträgt.

Schließlich ist Gegenstand der Erfindung die Verwendung des erfindungsgemäßen SiO₂-Mattierungsmittels zur Herstellung von thixotropen und nicht-thixotropen Farben und Lacken.

Bevorzugte Ausführungsformen und Vorteile der Erfindung sind den Unteransprüchen und der nachfolgenden Beschreibung zu entnehmen.

Es wurde überraschend gefunden, daß die negative Wirkung von Mattierungsmitteln auf SiO₂-Basis auf die Thixotropie von auf thixotropen polyamid-modifizierten Alkydharzen basierenden Farben und Lacken durch Mitverwendung von mehrwertigen Alkoholen stark verringert oder aufgehoben werden kann. Die Affinität zwischen der SiO₂-Oberfläche und dem Polyol ist so groß, daß selbst bei getrennter Zugabe des SiO₂ und des Polyols zu thixotropen Farben und Lacken auf Alkydharzbasis die Polyolmoleküle von der SiO₂-Oberfläche adsorbiert werden. Mit anderen Worten handelt es sich bei der erfindungsgemäßen Modifizierung von SiO₂-Mattierungsmitteln um eine Imprägnierung oder Beschichtung der SiO₂-Oberfläche mit Polyolen. Dabei ist die Erkenntnis, daß Polyole die negative Wirkung der Hydroxylgruppen an der SiO₂-Oberfläche aufheben, besonders überraschend, da insbesondere Alkohole und Glykole als Substanzen bekannt sind, die die Thixotropie von polyamid-modifizierten Alkydharzen stark beeinträchtigen. So weist beispielsweise ein Hersteller von thixotropen polyamid-modifizierten Alkydharzen ausdrücklich darauf hin, daß Hydroxylgruppen, wie sie in Alkoholen und Glykolen vorhanden sind, die thixotrope Struktur vollständig zerstören.

Ferner ergab sich überraschend, daß die gute Dispergierbarkeit der feinteiligen SiO₂-Mattierungsmittel auch bei der Lagerung und insbesondere bei der Lagerung unter Druck erhalten bleibt, wenn die SiO₂-Oberfläche mit einem Polyol imprägniert wird.

Schließlich ergab sich überraschend, daß die erfindungsgemäße Imprägnierung oder Beschichtung der SiO₂-Mattierungsmitteloberfläche mit Polyolen sowohl bei reinen als auch bei wachsbeschichteten Mattierungsmitteln wirksam ist. Dies bedeutet mit anderen Worten, daß das erfindungsgemäß verwendete Polyol die Wirksamkeit des Wachses bezüglich der Verhinderung des Absetzens der Mattierungsmittelteilchen unter Bildung eines harten Bodensatzes nicht beeinträchtigt. Umgekehrt hat das Wachs offensichtlich keine negative Auswirkung auf die Thixotropie von thixotropen Farben und Lacken und die durch die Polyolimprägnierung erreichbare Verbesserung der Dispergierbarkeit von SiO₂-Mattierungsmitteln nach längerer Lagerung. Das erfindungsgemäße SiO₂-Mattierungsmittel kann dementsprechend universell sowohl in thixotropen als auch

nicht-thixotropen Farben und Lacken eingesetzt werden.

Für die Behandlung der SiO₂-Oberfläche eignen sich erfindungsgemäß höherwertige Alkohole, insbesondere zwei- bis sechswertige Alkohole mit z. B. 2 bis 100 Kohlenstoffatomen, wobei die Kohlenstoffketten linear oder verzweigt und durch beliebig viele Sauerstoffatome unterbrochen sein können (C-O-C-Gruppen = Ether). Die OH-Gruppen können sich in beliebigen Stellungen befinden. Selbstverständlich können auch Mischungen der genannten Polyole verwendet werden.

Beispiele für erfindungsgemäß geeignete Polyole sind u. a. Glycerin, Ethylenglykol, Diethylenglykol, Polyethylenglykole, Sorbitol, Trimethylolpropan, Di-trimethylolpropan, ethoxylierte Trimethylolpropane, Pentaerythrit und ethoxylierte Pentaerythrite.

Bezüglich der erfindungsgemäß geeigneten Wachse sei auf die bereits oben erwähnten DE-PS 10 06 100 und DE-AS 15 92 865 verwiesen. Erwähnt seien insbesondere mikrokristalline Hartwachse, Polyethylenwachse und anoxydierte Polyethylenwachse, die sich als gut geeignet erwiesen haben.

Bei SiO₂-Mattierungsmitteln handelt es sich meistens um Kieselgele oder Fällungskieselsäuren. Pyrogene Kieselsäuren in der üblichen Form werden nicht als Mattierungsmittel eingesetzt; jedoch gibt es eine durch nachträgliche Agglomeration hergestellte Form, die ebenfalls als Mattierungsmittel Verwendung findet. Geeignet sind auch dialytische Kieselsäuren. Teilchengröße und Teilchengröße Verteilung des SiO₂-Mattierungsmittels liegen dabei in den üblichen, dem Fachmann geläufigen Bereichen.

Die Herstellung des erfindungsgemäßen Mattierungsmittels erfolgt, indem SiO₂ mit Polyol und Wachs zusammengebracht wird. Dies geschieht vorzugsweise, indem man das SiO₂ in einer Strahlmühle oder einer mechanischen Mühle, gegebenenfalls mit anschließender Sichtung, mikronisiert und gleichzeitig mit dem SiO₂ das Polyol und das Wachs (in geschmolzener Form oder als Pulver) zudosiert. Eine andere Möglichkeit besteht darin, daß man eine Suspension von SiO₂ in einer wäßrigen Polyollösung sprühtrocknet, das erhaltene mit Polyol imprägnierte SiO₂ in herkömmlicher Weise mit Wachs imprägniert (siehe z. B. DE-PS 10 06 100 und DE-AS 15 92 865) und dann das nunmehr mit Polyol und Wachs imprägnierte SiO₂ durch Sichtung oder Strahlmahlung auf die geeignete Korngrößenverteilung einstellt. Alternativ kann man eine Suspension aus SiO₂, Wachsemulsion und Polyol sprühtrocknen. Man kann das SiO₂ auch bereits vor der Trocknung mit Polyol imprägnieren, indem man bei der Waschung (z. B. des Hydrogels im Falle von Kieselgel) dem Waschwasser Polyol zusetzt oder zu einem noch früheren Zeitpunkt das SiO₂ bereits im Hydrosolzustand imprägniert, indem man das Polyol dem Wasserglas oder der verdünnten Schwefelsäure bei der Fällung des SiO₂ zusetzt. Das nach einer dieser Verfahrensweisen erhaltene mit Polyol behandelte SiO₂ wird dann wie zuvor beschrieben mit Wachs imprägniert und auf die geeignete Korngrößenverteilung eingestellt.

Alternativ können mit Wachs imprägniertes SiO₂ und Polyol als separate Komponenten in die Farbe oder den Lack eingebracht werden.

Die vorteilhafte Wirkung der erfindungsgemäßen Modifizierung von SiO₂-Mattierungsmitteln mit Polyolen beruht wahrscheinlich darauf, daß eine Maskierung der OH-Gruppen der SiO₂-Oberfläche durch Anlagerung und Bindung über Wasserstoffbrückenbindungen erfolgt. Entscheidend ist dabei, daß mehrere OH-Gruppen oder Ethergruppen pro Molekül vorhanden sind, um die erforderliche Haftung gegenüber anderen polaren Molekülen, z. B. Wasser, zu übertreffen. Gegenüber der bekannten Veresterung von OH-Gruppen an SiO₂-Oberflächen mit Alkoholen, die mit deutlicher Enthalpieänderung verbunden ist, besteht erfindungsgemäß der Unterschied, daß die Modifizierung von SiO₂-Mattierungsmitteln mit Polyolen spontan aber ohne merkliche Enthalpieänderung abläuft. Dementsprechend erfolgt die Herstellung des erfindungsgemäßen SiO₂-Mattierungsmittels bzw. die Modifizierung mit Polyol grundsätzlich unterhalb der Temperatur, bei der eine Veresterung erfolgen würde, d. h. im allgemeinen unterhalb 150°C, vorzugsweise unterhalb 100°C und insbesondere bei Raumtemperatur oder nur leicht erhöhter Temperatur.

Im allgemeinen sind für die erfindungsgemäße Modifizierung von SiO₂-Mattierungsmitteln 1 bis 25 Gew.% Polyol und 1 bis 25 Gew.% Wachs, jeweils bezogen auf das Gewicht des SiO₂-Mattierungsmittels, erforderlich. Bevorzugt sind Mengen von 3 bis 15 Gew.% Polyol und 3 bis 10 Gew.% Wachs.

Beispiel 1a

Ein SiO₂-Mattierungsmittel mit einer mittleren Teilchengröße von 5 µm (gemessen mit dem Coulter Counter), einer BET-Oberfläche von 400 m²/g und einem Porenvolumen (beide durch Stickstoffadsorption bestimmt) von 1,75 ml/g wurde mit einem sogenannten Dissolver (in der Farben- und Lackindustrie häufig verwendetes schnellaufendes Rührgerät mit hohen Scherkräften für die Dispergierung von Pigmenten und Füllstoffen) in einen thixotropen Lack eindispersiert, der als Hauptkomponente ein polyamid-modifiziertes thixotropes Alkydharz enthielt. Die Lackzusammensetzung ist in der folgenden Tabelle wiedergegeben. Die Konzentration des Mattierungsmittels bezogen auf den Festkörperanteil des Lacks betrug 9 Gew.%. Der mattierte Lack wurde 24 Stunden bei 20°C gelagert und dann wurde die Viskosität mit dem Haake Viskosimeter (Haake RV3 Rotovisko, Meßkopf 500, Spindel MV1) bestimmt. Die Messung erfolgte bei 20°C. Es wurde eine Fließkurve bestimmt von 0 bis 32 U/min mit einer Drehfrequenzänderung von 25 U/min/min. Die Ablesung der Viskosität erfolgte bei 8 U/min aus der Kurve mit steigender Drehfrequenz. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Lackzusammensetzung

Gewichtsteile

5	Polyamid-modifiziertes thixotrop s	70
	Alkydharz, 50%ig	
	Urethan-Alkydharz, 55%ig	18,2
	Barium-, Kobalt- und Bleioctoat ¹⁾	2,1
	Netzmittel	0,4
10	Entschäumer	0,2
	Verlaufmittel	0,5
	Antihautmittel	0,8
	Testbenzin K30	7,8
		<u>100,0</u>

15 ¹⁾ Katalysatoren für oxidative Trocknung

Nach sechswöchiger Lagerung des Lacks bei Raumtemperatur wurde kein Bodensatz beobachtet.

Beispiel 1b

20 Das SiO₂-Mattierungsmittel aus Beispiel 1a wurde mit einem Wachs imprägniert, indem das Wachs gleichzeitig mit dem SiO₂ in die Strahlmühle dosiert wurde. Das so imprägnierte Mattierungsmittel, das 10 Gew.% Wachs enthielt, wurde wie in Beispiel 1a in den gleichen Lack eingearbeitet und wie dort beschrieben geprüft. Die Ergebnisse sind ebenfalls in Tabelle 1 wiedergegeben.

25 Beispiel 2

Der in Beispiel 1a verwendete Lack wurde wie in Beispiel 1a behandelt, ohne daß ein Mattierungsmittel zugesetzt wurde. Es wurden mit diesem Lack die entsprechenden Untersuchungen durchgeführt und die Ergebnisse sind wiederum in Tabelle 1 wiedergegeben.

Beispiel 3

35 Das in Beispiel 1a verwendete SiO₂-Mattierungsmittel wurde bereits bei der Mikronisierung in der Strahlmühle mit einem Polyethylenglykol (Molekulargewicht 400) imprägniert, indem das Polyethylenglykol gleichzeitig mit dem SiO₂ in die Strahlmühle dosiert wurde. Die Polyethylenglykolkonzentration in dem Mattierungsmittel betrug 8,5 Gew.%. Das so imprägnierte Mattierungsmittel wurde wie in Beispiel 1a in den gleichen Lack eingearbeitet und wie dort beschrieben geprüft. Die Konzentration des Mattierungsmittels bezogen auf den Festkörperanteil des Lacks betrug 9 Gew.%. Die Prüfungsergebnisse sind ebenfalls in Tabelle 1 wiedergegeben.

40 Beispiel 4a

Das in Beispiel 1a verwendete SiO₂-Mattierungsmittel wurde in einen auf einem Hitrozelluloseharz basierenden nicht-thixotropen Lack eingebracht. Die Lackzusammensetzung ist in der folgenden Tabelle wiedergegeben. Der das Mattierungsmittel enthaltende Lack wurde 6 Wochen lang in einem Glaszylinder aufbewahrt, bevor die Härte eines möglicherweise gebildeten Bodensatzes beurteilt wurde. Die Härte wurde mit einem Glasstab bestimmt. Der Widerstand, den man fühlt, wenn man den Bodensatz bewegt, ist das subjektive Kriterium für die Beurteilung der Härte.

Das in diesem Beispiel verwendete unbehandelte Mattierungsmittel bildete einen harten Bodensatz.

50 Lackzusammensetzung

		Gewichtsteile
55	Nitrozellulosechips	12,6
	Toluol	30,0
	Butanol	5,6
	Ethylacetat	6,0
60	Methylisobutylketon	20,0
	Weichmacher	2,3
	Silikonöl	1,0
	Alkydharz/60% in Xylol	22,5
		<u>100,00</u>

65 Beispiel 4b

Anstelle des nicht beschichteten Mattierungsmittels aus Beispiel 1a wurde das mit Wachs imprägnierte

Mattierungsmittel aus Beispiel 1b in der in Beispiel 4a beschriebenen Weise bezüglich des Absetzverhaltens untersucht. Im Gegensatz zu Beispiel 4a führte das mit Wachs imprägnierte Mattierungsmittel zu einem sehr weichen und leicht redispergierbaren Bodensatz.

Beispiel 5

5

Anstelle des nicht beschichteten Mattierungsmittels aus Beispiel 1a wurde das mit Polyol imprägnierte Mattierungsmittel gemäß Beispiel 3 bezüglich des Absetzverhaltens wie in Beispiel 4a beschrieben untersucht. Das mit 8,5 Gew.% Polyethylenglykol imprägnierte SiO₂-Mattierungsmittel führte zur Bildung eines harten Bodensatzs.

10

Beispiel 6

Das im Beispiel 1a verwendete SiO₂-Mattierungsmittel wurde bereits bei der Mikronisierung in der Strahlmühle mit einem Polyethylenglykol (Molekulargewicht 400) und einem Wachs imprägniert, indem Polyethylenglykol und Wachs gleichzeitig mit dem SiO₂ in die Strahlmühle dosiert wurden. Die Polyethylenglykolkonzentration im Mattierungsmittel betrug 7,5 Gew.% und die Wachskonzentration 4 Gew.%. Das imprägnierte Mattierungsmittel wurde eingearbeitet in

15

- a) den gleichen Lack wie in Beispiel 1a und
- b) in den gleichen Lack wie in Beispiel 4a.

20

Die mit diesen Lacken erhaltenen Ergebnisse sind ebenfalls in Tabelle 1 zusammengestellt.

Das Mattierungsmittel dieses Beispiels führte zur Bildung eines voluminösen, sehr weichen und leicht redispergierbaren Bodensatzs.

25

Beispiel 7

Das Polyethylenglykol in Beispiel 6 wurde gegen ein Polyol mit 4 OH-Gruppen und einem Molekulargewicht von 270 ausgetauscht. Das imprägnierte Mattierungsmittel wurde wiederum eingearbeitet in

30

- a) den gleichen Lack wie in Beispiel 1a und
- b) den gleichen Lack wie in Beispiel 4a.

Auch die hier erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

35

Das Mattierungsmittel dieses Beispiels bewirkte die Bildung eines voluminösen, sehr weichen und leicht redispergierbaren Bodensatzs.

Beispiel 8a

Das SiO₂-Mattierungsmittel gemäß Beispiel 3 wurde in einen auf einem Polyurethanharz basierenden nicht-thixotropen Lack eingearbeitet. Die Lackzusammensetzung ist in der folgenden Tabelle wiedergegeben. Es ist ein repräsentatives Beispiel für marktübliche Lacke. Das Absetzverhalten wurde wie in Beispiel 4a geprüft. Das mit Polyethylenglykol behandelte Mattierungsmittel dieses Beispiels führte zur Bildung eines harten Bodensatzs.

40

45

Lackzusammensetzung

	Gewichtsteile	
Urethan-Alkydharz, 55%ig in Testbenzin	91,3	50
Terpentin	1,0	
Testbenzin	4,0	
Blei-Trocknungsmittel	0,83	
Kobalt-Trocknungsmittel	0,33	
Calcium-Trocknungsmittel	1,27	55
Antihautmittel	1,27	
	<u>100,00</u>	

Beispiel 8b

60

Anstelle des Mattierungsmittels gemäß Beispiel 3 wurde das Mattierungsmittel aus Beispiel 1b wie in Beispiel 8a beschrieben untersucht. Es wurde die Bildung eines sehr weichen Bodensatzes beobachtet, der sehr leicht redispergierbar war.

Beispiel 9

65

In diesem Beispiel wurde das mit Polyethylenglykol und Wachs imprägnierte SiO₂-Mattierungsmittel in den in Beispiel 8a beschriebenen Lack eingearbeitet und in der gleichen Weise geprüft. Dieses Mattierungsmittel führte

zur Bildung eines voluminösen, sehr weichen und leicht redispergierten Bodensatzes.

Tabelle 1

Beispiel	Mattierungsmittel- zusammensetzung	Mattierungs- mittelkon- zentration im Lack	Lackzusam- mensetzung gemäß Beispiel	Viskosität [mPa · s]	Bodenkörper nach sechswöchiger Lagerung
1a	SiO ₂	9	1a	1405	kein Bodenkörper
1b	SiO ₂ + Wachs	9	1a	1300	kein Bodenkörper
2	kein Mattierungsmittel	0	1a	3795	—
3	SiO ₂ + PEG	9	1a	3950	kein Bodenkörper
4a	SiO ₂	5	4a	—	harter Bodenkörper
4b	SiO ₂ + Wachs	5	4a	—	sehr weicher Bodenkörper
5	SiO ₂ + PEG	5	4a	—	harter Bodenkörper
6	SiO ₂ + PEG + Wachs	5	a) 1a b) 4a	3810 —	kein Bodenkörper sehr weicher Bodenkörper
7	SiO ₂ + Polyol + Wachs	5	a) 1a b) 4a	3690 —	kein Bodenkörper sehr weicher Bodenkörper
8a	SiO ₂ + PEG	7	8a	—	harter Bodenkörper
8b	SiO ₂ + Wachs	7	8a	—	sehr weicher Bodenkörper
9	SiO ₂ + PEG + Wachs	7	8a	—	sehr weicher Bodenkörper

PEG: Polyethylenglykol

Polyol: Polyol mit 4 OH-Gruppen und einem Molekulargewicht von 270

— : nicht gemessen

Beispiel 10

Es wurden verschiedene Mattierungsmittel mit zwei unterschiedlichen Korngrößen in der in den obigen Beispielen beschriebenen Weise hergestellt. Die jeweilige Zusammensetzung der Mattierungsmittel ist in Tabelle 2 angegeben. Mehrere Säcke der Versuchsprodukte wurden gemeinsam mit unbehandelten Standardmattierungsmitteln 6 Wochen auf Palette gelagert. Die Lagerung erfolgte einmal ohne und einmal mit einer zusätzlichen Belastung von 200 kg/Palette.

Nach der sechswöchigen Lagerung wurden 3 Proben aus verschiedenen Säcken entnommen. Die Dispergierbarkeit wurde nach dem unten beschriebenen Standard-Dispergiertest beurteilt. Alle Proben waren kodiert, so daß den Prüfern eine Identifizierung der Proben nicht möglich war. Die Ergebnisse sind ebenfalls in Tabelle 2 wiedergegeben. Die Wirksamkeit der Polyolimprägnierung zeigt sich besonders bei den Proben, die zuvor einer Belastung ausgesetzt waren. Außerdem zeigen die Versuchsergebnisse, daß die gleichzeitige Imprägnierung mit Wachs keinen negativen Einfluß auf den durch die Imprägnierung mit Polyol erzielten positiven Effekt hat.

Standard-Dispergiertest

Die Prüfung erfolgte in dem nach Beispiel 4a beschriebenen Lack.

Der Lack wird vor dem Gebrauch mit MIBK auf eine Auslaufzeit von 70–85 Sekunden eingestellt (Becher 4 mm Auslaufdüse/DIN 53 211). Es werden 1,5 g Mattierungsmittel auf 80 g Lack mit einem Red Devil Paint Shaker 40 Sekunden lang in einem Plastikbecher (Durchmesser 6,5 cm, Höhe 7,0 cm, 190 ml) geschüttelt. Nach der Entlüftung werden die Proben noch einmal kurz aufgerührt und mit einer 150 µ Aufziehschraube unter staubfreien Bedingungen auf Kontrollkarten aufgezogen.

Nach 10 Minuten wird gegen Standardkarten benotet. Die Note 1 bedeutet vollkommene Stippenfreiheit des Lackaufzugs. Die Skala reicht bis 5. Die Note 5 charakterisiert einen Lackaufzug mit sehr vielen Stippen.

Tabelle 2

Probe	Mattierungsmittel- zusammensetzung	Korngröße (μm) ²⁾	Kohlenstoff- gehalt (%)	Dispergierbarkeit nach 6 Wochen Lagerung mit einer Belastung pro Palette von		5
				0 kg	200 kg	
1	100% SiO ₂	3,4	0	1,2	3,9	10
2	90% SiO ₂ , 10% PEG ¹⁾	3,5	6,8	1,3	2,5	
3	100% SiO ₂	5,3	0	1,4	3,1	
4	90% SiO ₂ , 10% PEG ¹⁾	5,2	7,5	1,0	1,8	
5	90% SiO ₂ , 10% Wachs	5,2	8,3	1,2	2,8	15
6	80% SiO ₂ , 9% Wachs 11% PEG ¹⁾	5,3	14,2	1,0	1,5	

*) gemessen nach dem oben beschriebenen Standard-Dispergiertest; Note 1 = sehr gut; 5 = sehr schlecht

¹⁾ Polyethylenglykol Molekulargewicht 400

²⁾ gemessen mit dem Coulter Counter

Patentansprüche

1. SiO₂-Mattierungsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß es aus SiO₂, 1 bis 25 Gew.% Polyol und 1 bis 25 Gew.% Wachs besteht. 25
2. Mattierungsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Polyolgehalt 3 bis 15 Gew.% und der Wachsgehalt 3 bis 10 Gew.% beträgt.
3. Mattierungsmittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das SiO₂ Kieselgel, Fällungskieselsäure, pyrogene oder dialytische Kieselsäure ist.
4. Verfahren zur Herstellung eines SiO₂-Mattierungsmittels, dadurch gekennzeichnet, daß man SiO₂ mit einer solchen Menge Polyol und Wachs zusammenbringt, daß der Polyolgehalt des fertigen Mattierungsmittels 1 bis 25 Gew.% und der Wachsgehalt 1 bis 25 Gew.% beträgt. 30
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man SiO₂ mit einer solchen Menge Polyol und Wachs zusammenbringt, daß der Polyolgehalt des fertigen Mattierungsmittels 3 bis 15 Gew.% und der Wachsgehalt 3 bis 10 Gew.% beträgt. 35
6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß man als SiO₂ Kieselgel, Fällungskieselsäure, pyrogene oder dialytische Kieselsäure verwendet.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man das SiO₂ in einer Strahlmühle oder einer mechanischen Mühle, gegebenenfalls mit anschließender Sichtung, mikronisiert und gleichzeitig mit dem SiO₂ Polyol und Wachs zudosiert. 40
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Suspension von SiO₂ in einer wäßrigen Polyollösung sprühtrocknet, daß so erhaltene, mit Polyol imprägnierte SiO₂ mit Wachs imprägniert und dann das so erhaltene mit Polyol und Wachs imprägnierte SiO₂ durch Sichtung oder Strahlmahlung auf die geeignete Korngrößenverteilung einstellt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Suspension aus SiO₂, Wachsemulsion und Polyol sprühtrocknet. 45
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man das SiO₂ bereits bei der Waschung mit Polyol imprägniert, indem man das Polyol dem Waschwasser zusetzt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man das SiO₂ bereits im Hydrosolzustand mit Polyol imprägniert, indem man das Polyol dem Wasserglas oder der verdünnten Schwefelsäure bei der Fällung des SiO₂ zusetzt. 50
12. Verwendung des SiO₂-Mattierungsmittels gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3 oder hergestellt nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 4 bis 11 zur Herstellung von thixotropen und nicht-thixotropen Farben und Lacken.
13. Verwendung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Wachs imprägniertes SiO₂ und Polyol als separate Komponenten in die Farbe oder den Lack einbringt oder mit Wachs imprägniertes SiO₂ und Polyol zunächst zusammenbringt und dann das dadurch erhaltene Produkt in die Farbe oder den Lack einarbeitet. 55

60

65

— Leerseite —